

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 62108744  
PUBLICATION DATE : 20-05-87

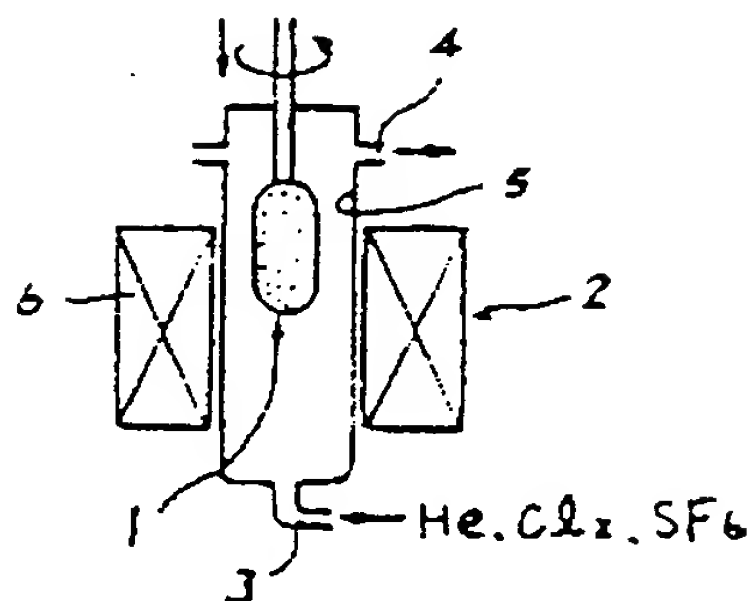
APPLICATION DATE : 06-11-85  
APPLICATION NUMBER : 60248454

APPLICANT : FURUKAWA ELECTRIC CO LTD:THE;

INVENTOR : ORIMO KATSUMI;

INT.CL. : C03B 37/014 C03B 20/00 G02B 6/00

TITLE : TRANSPARENT VITRIFICATION  
METHOD OF POROUS GLASS BASE  
MATERIAL



ABSTRACT : PURPOSE: To change fluorine content in the radius direction of a porous glass base material and to easily change the distribution of refractive index by controlling the conc. of fluorine-contg. gas contained in the atmosphere in case of subjecting the porous glass base material to transparent vitrification in the fluorine-contg. gas atmosphere.

CONSTITUTION: A porous glass base material 1 consisting of an accumulated material of a sooty fine glass grain is inserted to the inside of a reactor core pipe 5 and a fluorine-contg. gas (e.g. gaseous mixture of SF<sub>6</sub>, He and Cl<sub>2</sub>) is introduced into the inside of the pipe 5. The base material 1 is heated by an electric furnace 2 in the fluorine-contg. gas atmosphere and fluorine is doped to the inside of the base material 1 while subjecting it to transparent vitrification. On this occasion, fluorine content in a range over the radius direction of the base material 1 is changed by controlling the concn. of the fluorine contg. gas contained in the atmosphere and the distribution of refractive index in the radius direction of the base material 1 is changed. Thereby a glass base material consisting of a pure quartz core and a quartz cladding doped with fluorine can easily be prepared in a VAD process.

COPYRIGHT: (C)1987,JPO&Japio

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭62-108744

⑤ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)5月20日

C 03 B 37/014

Z-8216-4G

20/00

7344-4G

G 02 B 6/00

S-7370-2H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 多孔質ガラス母材の透明ガラス化方法

⑮ 特 願 昭60-248454

⑯ 出 願 昭60(1985)11月6日

⑰ 発 明 者 矢 野 慎 一 市原市八幡海岸通6番地 古河電気工業株式会社千葉電線製造所内

⑱ 発 明 者 折 茂 勝 巳 市原市八幡海岸通6番地 古河電気工業株式会社千葉電線製造所内

⑲ 出 願 人 古河電気工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

⑳ 代 理 人 弁理士 齋藤 義雄

## 明 細 書

1 発明の名称 多孔質ガラス母材の透明  
ガラス化方法

## 2 特許請求の範囲

(1) スト状ガラス微粒子の堆積物からなる多孔質ガラス母材をフッ素含有ガス雰囲気中で熱処理することにより透明ガラス化しながらその母材中にフッ素をドーブする多孔質ガラス母材の透明ガラス化方法において、上記雰囲気中のフッ素含有ガス濃度を制御することにより、上記母材の半径方向にわたるフッ素含有率を変化させることを特徴とする多孔質ガラス母材の透明ガラス化方法。

(2) フッ素含有ガス雰囲気中のフッ素含有ガス濃度を1%未満とする特許請求の範囲第1項記載の多孔質ガラス母材の透明ガラス化方法。

## 3 発明の詳細な説明

## 『産業上の利用分野』

本発明は通信用、光学用のガラス母材を得る際に用いる多孔質ガラス母材の透明ガラス化方法に関する。

## 『従来の技術』

光ファイバ用、ロッドレンズ用など、通信、非通信分野で用いられるガラス母材をVAD法、OVD法等により作製するとき、火炎加水分解反応または熱酸化反応により生成されたスト状ガラス微粒子を所望の形状に堆積し、その堆積物たる多孔質ガラス母材を透明ガラス化する。

一般に、上記透明ガラス化はヘリウム、塩素ガス等が導入された電気炉内に多孔質ガラス母材を入れて該母材を熱処理することにより行なわれ、かかる熱処理により、多孔質ガラス母材は脱水、焼結の過程を経て透明ガラス化される。

こうして多孔質ガラス母材を透明ガラス化するとき、電気炉内の所定雰囲気中に、六フッ化イオウ、フレオン(フッ化炭化水素類の商品名)等のフッ素含有ガスを混入し、その母材中にフッ素をドーブすることが行なわれている。

従来において、前記のごとく透明ガラス化時の母材中にフッ素をドーブしたとき、その母材の屈折率分布は第4図のようになる。

上記従来例における母材中のフッ素ドーピング量を示したのが第5図であり、すなわち従来例の場合、母材中のフッ素ドーピング量はその半径方向に均一となっている。

この際、透明ガラス化雰囲気中のフッ素含有ガス濃度は1%あるいはそれ以上としている。

母材中のフッ素ドーピング量が均一となる理由は、電気炉内に流すフッ素含有ガスを例えば六フッ化イオウとした場合、第6図のごとく母材ガラスの屈折率が $(SF_6)^{1/4}$ に比例するからである。

#### 「発明が解決しようとする問題点」

上述したように、従来例では多孔質ガラス母材の透明ガラス化時においてその母材中にフッ素をドーピングしているが、これは母材半径方向にわたるフッ素ドーピング量を均一とするフッ素ドーピング手段であり、したがって母材半径方向の屈折率分布が変化するようなフッ素ドーピングには適さず、例えば二乗屈折率分布をもつ光ファイバ母材などは得られない。

本発明は上記の問題点に鑑み、多孔質ガラス母

材の透明ガラス化と同期してその母材中にフッ素をドーピングする際、母材半径方向のフッ素ドーピング量を変化させることのできる、換言すれば母材半径方向の屈折率分布を変化させることのできる透明ガラス化方法を新規に提供しようとするものである。

#### 「問題点を解決するための手段」

本発明は、スート状ガラス微粒子の堆積物からなる多孔質ガラス母材をフッ素含有ガス雰囲気中で熱処理することにより透明ガラス化しながらその母材中にフッ素をドーピングする多孔質ガラス母材の透明ガラス化方法において、上記雰囲気中のフッ素含有ガス濃度を制御することにより、上記母材の半径方向にわたるフッ素含有率を変化させることを特徴としている。

#### 「作用」

本発明方法において、多孔質ガラス母材をフッ素含有ガス雰囲気中で透明ガラス化し、その透明ガラス化時の母材中にフッ素をドーピングすることは従来例と同じであるが、この際、フッ素含有ガス

雰囲気中のフッ素含有ガス濃度を制御するから、母材半径方向にわたるフッ素含有量が変化し、該母材半径方向の屈折率分布も変化する。

この際、フッ素含有ガス雰囲気中におけるフッ素含有ガス濃度は、1%未満において制御するのがよく、当該ガス濃度をこうした微小量にて制御することにより、例えば当該母材のフッ素含有量はその中心から外周に向かうにしたがい多くなる。

これは上記ガス濃度を1%以上としている従来例にはみられない特異な現象である。

#### 「実施例」

以下本発明方法の具体的実施例につき、図面を参照して説明する。

第1図において、1は石英系の多孔質ガラス母材であり、この多孔質ガラス母材1はVAD法、OVD法等における火炎加水分解反応、または熱酸化反応により生成されたスート状のガラス微粒子が所望の形状に堆積されて作製されたものである。

2は上記多孔質ガラス母材1を透明ガラス化す

るための電気炉であり、この電気炉2は、下部にガス入口3、上部にガス出口4を有する石英製の炉心管5と、その炉心管5の外周に配置されたリング状のヒータ8とからなる。

第1図の電気炉2を用いて多孔質ガラス母材1を透明ガラス化するとき、炉心管5内にはそのガス入口3からHe、Cl<sub>2</sub>、SF<sub>6</sub>等が供給され、該炉心管5の内部がヒータ8を介して加熱される。

多孔質ガラス母材1は、かかる炉心管5内へ回転状態で挿入され、ここで脱水、焼結、透明ガラス化されるとともに、その母材中にフッ素がドーピングされる。

本発明方法のより具体的実施例において、VAD法により作製したSiO<sub>2</sub>製多孔質ガラス母材1を回転状態とし、これを120mm/hの速度にて温度1400℃とした電気炉2の炉心管5内に挿入した。

この際、炉心管5内には、Heを300cc/min、O<sub>2</sub>を65cc/min、SF<sub>6</sub>を2cc/minにてそれぞれ供給した。

上記フッ素含有ガス中におけるSF<sub>6</sub>の濃度は、

0.007%である。

かかる条件にて透明ガラス化された上記母材は第2図のごとき屈折率分布を有していた。

これは母材中心部から母材外周部へ向かうにしたがいフッ素のドーピング量が高上しているためであり、フッ素ドーピング量の多い部分ほど屈折率が低下している。

上記具体例において、フッ素含有ガス雰囲気中におけるフッ素含有ガス濃度をより精密に制御することにより、第3図(イ)(ロ)(ハ)のごとき屈折率分布をもつ透明ガラス母材の得られることが判明した。

フッ素含有ガスとしては、既述のフロンも用いることができる。

比較例として、炉心管5内にHeを300cc/min、 $\text{SF}_6$ を300ml/min供給した以外は前記具体例と同様にして $\text{SiO}_2$ 多孔質ガラス母材1を透明ガラス化した。

この比較例でのフッ素含有ガス中における $\text{SF}_6$ の濃度は1%である。

より透明ガラス化された母材のフッ素ドーピング量を示した屈折率分布図、第6図は石英系ガラス母材の屈折率差と六フッ化イオウ濃度との関係を示した説明図である。

- 1・・・多孔質ガラス母材
- 2・・・電気炉
- 5・・・電気炉の炉心管
- 8・・・電気炉のヒータ

代理人 弁理士 斎藤 義雄

かかる比較例の場合、予測の通り、透明ガラス化後の母材屈折率分布が前記第4図のようになった。

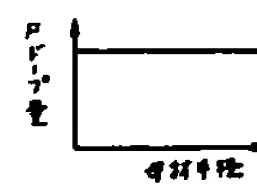
#### 『発明の効果』

以上説明した通り、本発明方法によるときは、多孔質ガラス母材を透明ガラス化に際し、その雰囲気中のフッ素含有ガス濃度を制御するから、当該母材の半径方向にわたるフッ素含有率を変化させることができ、その結果、VAD法、OVD法等において困難視されていた純石英コアとフッ素ドーピング石英クラッドとによるガラス母材が可能となり、該母材中の屈折率分布も矩形分布、二乗分布、三角形分布など、任意に設定できる。

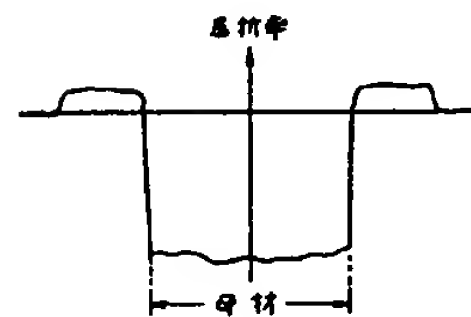
#### 4 図面の簡単な説明

第1図は本発明方法の一実施例を略示した説明図、第2図は本発明方法により透明ガラス化された母材の屈折率分布図、第3図(イ)(ロ)(ハ)は本発明方法により透明ガラス化された各種母材の屈折率分布図、第4図は従来法により透明ガラス化された母材の屈折率分布図、第5図は従来法に

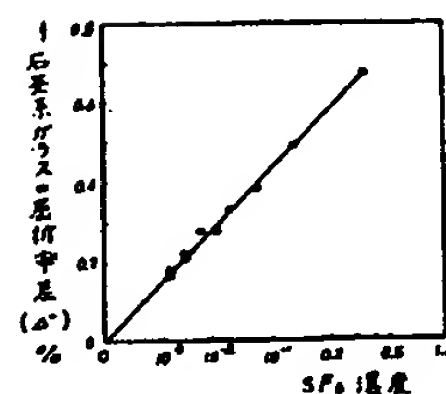
第4図



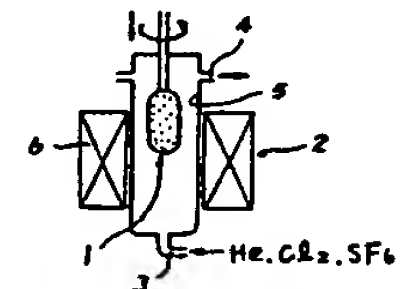
第5図



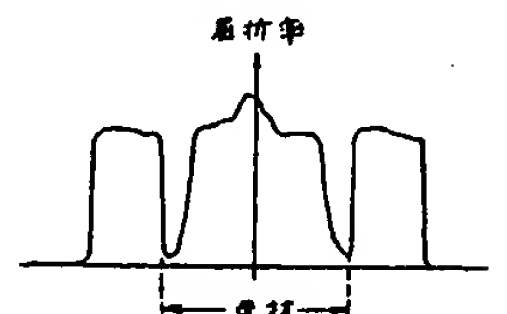
第6図



第1図



第2図



第3図

